

WEST

Generate Collection

Print

L6: Entry 2 of 7

File: JPAB

Apr 6, 1993

PUB-NO: JP405086109A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 05086109 A

TITLE: METHOD FOR DETECTING FOULING IN FLUIDIZED BED IN VAPOR-PHASE POLYMERIZATION

PUBN-DATE: April 6, 1993

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

YONEYAMA, YOSHIYUKI

SAITO, YUZO

SHIMIZU, SETSUO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

SHOWA DENKO KK

APPL-NO: JP03251769

APPL-DATE: September 30, 1991

INT-CL (IPC): C08F 2/34; C08F 2/00; G01B 7/08; H01L 21/66

ABSTRACT:

PURPOSE: To quantitatively determine the fouling of the inner wall surrounding a fluidized bed for vapor-shape polymerization.

CONSTITUTION: A pair of electrode plates are arranged on the inner wall surrounding a fluidized bed, and changes in the electrostatic capacity between the electrode plates by the adhesion of powder particles and bubbles are determined over a certain time period. By analyzing the changes, the extent of the fouling of the inner wall is determined.

COPYRIGHT: (C)1993,JPO&Japio

WEST**End of Result Set**☐ **Generate Collection** **Print**

L3: Entry 1 of 1

File: DWPI

Apr 6, 1993

DERWENT-ACC-NO: 1993-149238

DERWENT-WEEK: 200114

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Detecting fouling of inside wall of gas phase polymerisation reactor - by analysis of electrostatic capacity caused by powder and gas using paired electrodes connected on inner wall of reactor

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

SHOWA DENKO KK

SHOW

PRIORITY-DATA: 1991JP-0251769 (September 30, 1991)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 05086109 A	April 6, 1993		005	C08F002/34
JP 3138773 B2	February 26, 2001		005	C08F002/34

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP 05086109A	September 30, 1991	1991JP-0251769	
JP 3138773B2	September 30, 1991	1991JP-0251769	
JP 3138773B2		JP <u>5086109</u>	Previous Publ.

INT-CL (IPC): C08F 2/00; C08F 2/34; G01B 7/08; H01L 21/66

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 05086109A

BASIC-ABSTRACT:

Fouling detection on inside wall of polymerisation reactor in gas phase comprises analysis of electrostatic capacity caused by powder and gas, in a fixed period, using paired electrodes connected on surface of inside wall of the reactor.

The detector fixed on the inside wall of the reactor is covered with layer of stationary powder with high level of standard of electrostatic capacity. In moving state of the powder layer, the powder and the gas bubble are passed over the detector with large moving level of the electrostatic capacity. Adhesion of the powder on the detector, i.e. fouling indicates high level of standard of electrostatic capacity. From difference of the electrostatic capacity of fouling and unfouling, thickness of fouling can be analysed with detection curve.

USE/ADVANTAGE - The fouling-detection is useful for prevention of seating of polymer powder on the surface of the reactor.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/4

TITLE-TERMS: DETECT FOUL WALL GAS PHASE POLYMERISE REACTOR ANALYSE ELECTROSTATIC CAPACITY CAUSE POWDER GAS PAIR ELECTRODE CONNECT INNER WALL REACTOR

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-86109

(43)公開日 平成5年(1993)4月6日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 F 2/34	M C F	7442-4 J		
2/00	M D B	7442-4 J		
G 0 1 B 7/08		7355-2 F		
H 0 1 L 21/66	Z	8406-4 M		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 5 頁)

(21)出願番号 特願平3-251769

(22)出願日 平成3年(1991)9月30日

(71)出願人 000002004

昭和電工株式会社
東京都港区芝大門1丁目13番9号

(72)発明者 米山 宜志

大分県大分市大字中の洲2番地 昭和電工
株式会社大分工場内

(72)発明者 斎藤 悠三

大分県大分市大字中の洲2番地 昭和電工
株式会社大分工場内

(72)発明者 清水 節郎

東京都港区芝大門一丁目13番9号 昭和電
工株式会社内

(74)代理人 弁理士 寺田 實

(54)【発明の名称】 気相重合流動層における流動層内部のファウリング検知方法

(57)【要約】

【目的】 気相重合流動層における内壁面へのファウリングを定量的に測定する方法を提供する。

【構成】 流動層内壁に一对の電極板を設置し、この間の、粉と気泡によりもたらされる静電容量測定値の一定時間内での変動を解析することによって流動層内壁へのファウリングの量を検知する方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 流動層を利用した気相重合反応容器の流動層内の内面に、その容器の内壁とほぼ同一面を成すように対となる電極板を設置し、この間の粉と気泡によりもたらされる静電容量測定値の一定時間内での変動を解析することによって流動層部の内壁へのファウリングの量を検知する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は流動層を利用した気相重合反応容器における、流動層内部のファウリング量測定の方法に関する。

【0002】

【従来の技術】流動層装置内において流動する固体粒子がその装置内壁にファウリングすることはその装置の運用上好ましくないことが多い。特に気相重合流動層において、ファウリングが原因となりシーチングを起こし、塊状重合物が生成すると考えられる。これによって、生産性の低下、重合物の排出障害により運転停止に至ることが知られている。流動層を用いた重合装置における、粉体の壁面付着およびシーチングに関してはユニオン・カーバイド・コーポレーション等による公開特許の出願がある。その内容に示された方法は、以下のものである。

(1) 内壁面に温度計を設置して、内壁面で例えば重合反応による温度上昇を検知することにより内壁面への付着を検知する方法。(特開昭58-201802、特開昭62-295902)

(2) 重合装置内の静電圧を測定し、これとシーチングとの相関から予測する方法。(特開昭63-500176、特開平1-230607)

(3) 重合反応中ファウリング、シーチング等によって発生した溶解重合物を反応容器排出物中から見出すことによる方法。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】従来の技術のうち(1)はファウリングによって起きる重合反応の変化から間接的にシーチングを予測するものである。しかし、ファウリングによっては温度が上昇する場合、下降する場合の両者があり、確実かつ、定量的なファウリング量の測定は困難である。

(2)の方法はファウリングの原因を静電気と関連づけて推定したものであるが、ファウリングの量に関する定量的な評価は出来ず、また静電気以外の要因で起きる場合には効果が無い。

(3)は、確実にファウリング、およびシーチングを検知することが可能であるが、反応容器排出物中に溶解重合物が見出された場合にはすでにファウリングは進行した状況にあり、これに基づいて対応をとることは困難である。

上記の様な問題に対し、本発明が解決しようとする課題は流動層内部の装置内壁へのファウリングが発生した時点において、外部から直接、定量的に検知することを可能とする事である。

【0004】

【課題を解決するための手段】流動層高より上部での、ファウリング量を静電容量測定によって計測する方法については、すでに特開平3-158703において開示した。しかし、この方法をそのまま流動層内の壁面へのファウリング量測定に適用すると静電容量値の変動が激しく、ファウリング量を決定することは出来なかった。課題の解決の為に鋭意検討を行った結果、ただ単に静電容量の測定をするだけでなく、粉と気泡によりもたらされる測定値の変動をたくみに利用することにより前記課題が解決できることを見出し本発明を完成させるに至った。すなわち、本発明の骨子は流動層を利用した気相重合反応容器の流動層内の内面に、その容器の内壁とほぼ同一面を成すように対となる電極板を設置し、この間の粉と気泡によりもたらされる静電容量測定値の一定時間内での変動を解析することによって流動層部の内壁へのファウリングの量を検知する方法である。

【0005】通常、流動層内においては流動を起こす循環ガスが気泡となって常時上昇している。この気泡は当然流動層内の壁面に取付けられた検知器の表面に接して通過する。流動層が静止状態にある時はこの検知器表面は粒子により一様に覆われており、この検知器によって測定される静電容量は比較的高い値でほぼ一定の値を示す。しかし流動層が本来の流動状態になり、検知器の表面を気泡が通過すると、気泡であるガスは粒子と比べて誘電率が通常低いため測定される静電容量は小さな値を示し流動状態が継続すれば図1のように激しく変動する。しかしこの検知器の表面に粒子が付着する(ファウリングが発生する)と当然この検知器の表面に接して気泡が通過することはできなくなり、付着した粒子層の表面を通過することになる。この結果この時測定される静電容量の値は図2のように検知器の表面に付着する粒子のため変動がおだやかになる。この検知器によって測定される静電容量値を一定時間例えば数10秒の間採取しこの値を数ms乃至10数msの周期で読み取り、この値をヒストグラムにとった時最大値、最小値、平均値、標準偏差を計算することが可能である。上記のようなデータを採った時平均値については粒子が検知器の表面に付着しない時(ファウリングなしの時)と検知器の表面に付着した時(ファウリングありの時)とであまり差が認められないものの、標準偏差または最大値と最小値の差にはあきらかな差が認められることを見出した。従ってこの検知器によって静電容量の変動をあるきめられた期間測定し上記のような信号処理をおこなうことにより流動層のファウリングを測定することが可能となる。

【0006】図3は反応容器へ設置された状態での検知

3

器の電極部分正面図、図4は同電極付近断面図である。通常は、①の電極1、と②の電極2の静電容量を外部に接続した回路を用いて測定する。電極2に関しては、④の応容器内壁と共通とすることも出来る。ファウリング厚みの測定範囲及び感度は電極の形状、特に③なる絶縁物で挟まれた電極1と電極2の間隔に大きく依存する。

【0007】図5は、この検出器の検定に用いる曲線の一例を示す。表面上に流動層を形成する為に用いられる循環ガスと同じ成分のガスのみが存在する時の静電容量を C_0 とし、電極表面に、実際に発生すると予想されるファウリング物と同様な誘電率をもつ物質を厚み t だけ10 のせた場合の静電容量を C とする。更に、ファウリング厚みを増加させても静電容量の変化がほとんど無くなった状態での静電容量を C_2 とする。実際に流動層内に検知器を設置した場合、全くファウリングの無い状態では静電容量は C_0 から C_2 の間で変動し、ファウリング厚み t_1 では C_1 と C_2 の間で変動、更に十分ファウリングが進行した状態では C_2 の静電容量で一定になることは、当然予想できる。ファウリング厚みの指標として、測定された静電容量の平均値、最小値などを用いる20 のことも出来るが、この2つは外部の影響を受けやすい。静電容量の変動指標として標準偏差を用いることが望ましく、これをファウリング厚みに関連づけることで、外部の影響を受けにくく精度良く測定することができる。

【0008】流動層内でのファウリング厚み測定には、図6における検定曲線を利用することが出来る。全くファウリングしていない状態での静電容量の標準偏差を σ_0 とした場合に、ファウリング厚み t では静電容量の標準偏差 σ は、

$$\sigma = \sigma_0 \cdot (C_2 - C) / (C_2 - C_0)$$

で表される。この静電容量の変動から、流動層内のファウリング厚みを測定することが出来る。

【0009】

【実施例】直径480mmの流動層容器内に図3の電極を設置し、この中にポリプロピレン粒子を入れ窒素ガスを大気圧化で流動層を形成させた。電極表面に厚さ2mm～20mmの間で重合物と同質の板を張り付け、ファウリングと同様の状況を作った。この結果、図5、図6の様に静電容量、及び静電容量の変動指数が厚みに対して変化することが確認された。ポリエチレン又はポリプロピレンの気相反応器の流動層内部壁面にファウリングを検知するための電極を設置した。この電極の静電容量を測定して信号を信号処理器を通して5ミリ秒～50ミリ秒の間隔で読取った512～2048のデータについて標準

4

偏差を計算し、一定時間毎に表示させる。表示値を経時的にプロットすることによりファウリング厚みの経時変化を運転中に知ることが出来る。なおファウリングの厚みと静電容量値の変化(標準偏差)については別に本装置に取り付ける前に別の装置で校正しておくことが望ましいが、校正を行わなくとも壁面への付着量の増減の経時的な傾向についての把握は可能である。

【0010】

【発明の効果】流動層内のファウリング厚みを、外部から直接計測することが出来る。従って、内壁の付着状況を常時監視し運転条件へフィードバックすることにより流動層装置の長期安定運転が可能となる。静電容量検出器、静電容量測定器及び静電容量信号処理器を用いることにより運用中の流動層装置の装置内のファウリングの様子を知ることが可能となり、同装置の運転条件の変化に対するファウリングの挙動が明らかになる。上記知見によって流動層装置の長期安定運転の一助となる。運転継続に支障をきたす状況にまで、流動層内にファウリングが成長した場合、直ちに重合反応を停止し、排出不良などの危険な状況を回避することが出来る。流動層内のファウリングが進行しつつある状況を検知することにより、この進行を停止、またはファウリング物を除去するように運転状況を変更することが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】ファウリングのない時の静電容量値の変動の一例。

【図2】ファウリングのある時の静電容量値の変動の一例。

【図3】流動層内に設置された状態での検知器の電極正面図の一例。

【図4】流動層内壁に設置された場合における検知器の断面図の一例。

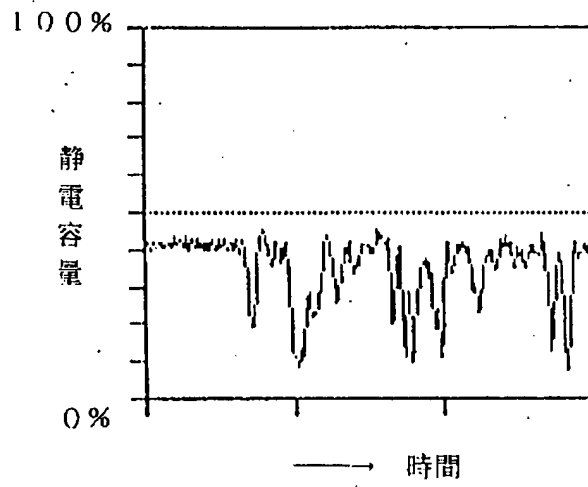
【図5】検知器表面上に実際のファウリング物とはほぼ誘電率をもつ物質をのせて行った場合における、静電容量変化の一例。

【図6】流動層内に設置された場合における、検知器静電容量の変動指標と、ファウリング厚みの関係の一例。

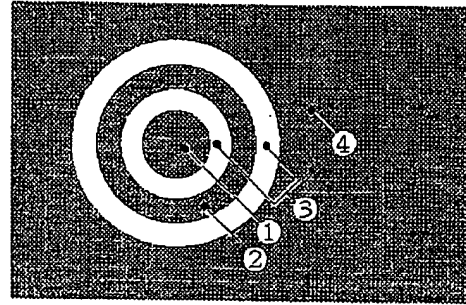
【符号の説明】

- ① 電極1
- ② 電極2
- ③ 絶縁体
- ④ リアクター内壁
- ⑤ ファウリング
- ⑥ 気泡

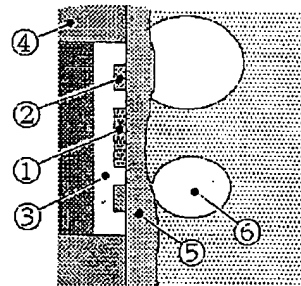
【図1】



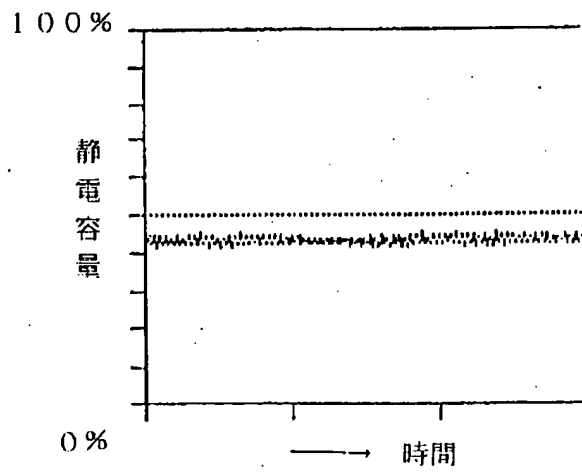
【図3】



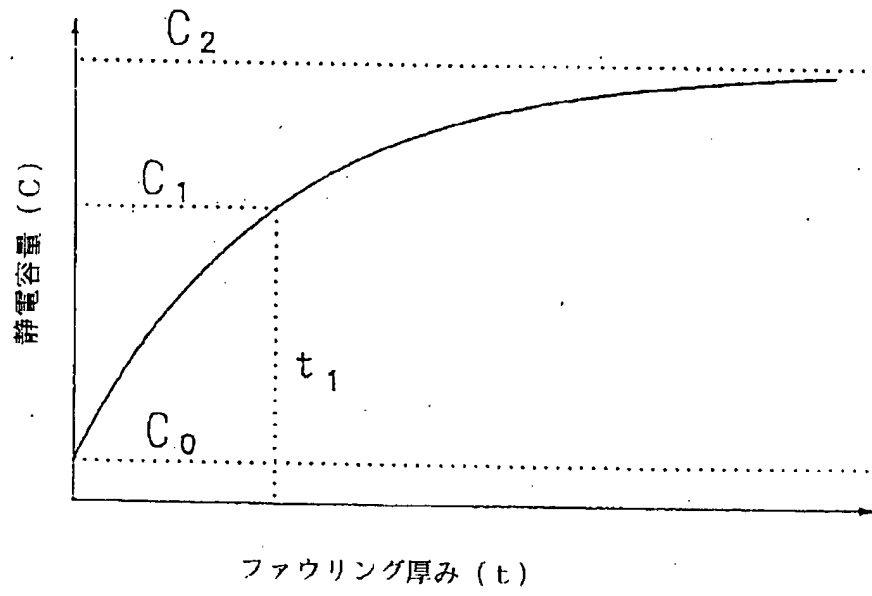
【図4】



【図2】



【図5】



【図6】

